

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11195548
PUBLICATION DATE : 21-07-99

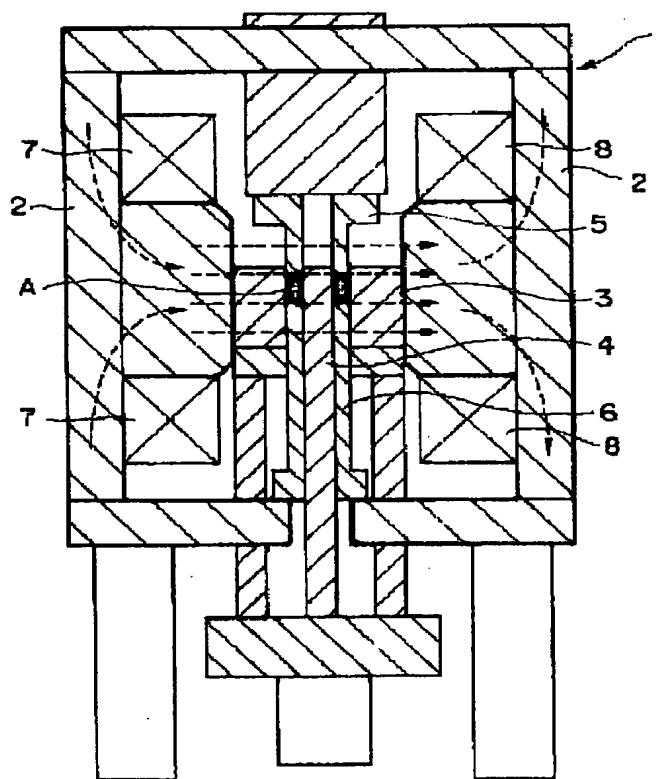
APPLICATION DATE : 26-12-97
APPLICATION NUMBER : 09361326

APPLICANT : MITSUBISHI MATERIALS CORP;

INVENTOR : TSURUMAKI TORU;

INT.CL. : H01F 41/02 B22F 3/00 B30B 11/00
H01F 1/053

TITLE : PRODUCTION OF ND-FE-B MAGNET



ABSTRACT : **PROBLEM TO BE SOLVED:** To improve magnetic characteristics by compacting Nd-Fe-B based magnetic powder subjected to HDDR processing in a magnetic field, in a direction substantially normal to the direction thereof to produce a molding and then applying a specified pressure, under high temperature, to the molding in the direction of the field being applied to the molding at the time of lateral field molding.

SOLUTION: Magnetic material powder of Nd-Fe-B based alloy is subjected to HDDR treatment and admixed uniformly with a binder to produce a mixture which is then compressoin-molded using a molder 1. At molding, electromagnets 7, 8 are conducted to generate a field in the direction substantially perpendicular to the sliding direction of punches 5, 6, thus generating magnetic lines of force traversing a die 3. The upper punch 5 is then moved downward to insert the forward end thereof into the die 3, thus pressing the mixture. The molding subjected to transverse field is then pressed under high temperature. The molding is, applied with a pressure along the direction of magnetic field which is applied to the molding in the transverse field molding process.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-195548

(43) 公開日 平成11年(1999) 7月21日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I	
H 0 1 F 41/02		H 0 1 F 41/02	C
B 2 2 F 3/00		B 2 2 F 3/00	F
B 3 0 B 11/00		B 3 0 B 11/00	A
H 0 1 F 1/053		H 0 1 F 1/04	H

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平9-361326	(71) 出願人	000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町 1 丁目 5 番 1 号
(22) 出願日	平成 9 年(1997) 12月26日	(72) 発明者	馬場 洋之 東京都千代田区丸の内 1-5-1 三菱マ テリアル株式会社加工事業本部電磁事業準 備室内
		(72) 発明者	森本 耕一郎 埼玉県大宮市北袋町 1-297 三菱マテリ アル株式会社総合研究所材料技術研究所内
		(74) 代理人	弁理士 志賀 正武 (外11名)
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 Nd-Fe-B系磁石製造方法

(57) 【要約】

【課題】 磁気特性に優れたNd-Fe-B系磁石を製造することができる方法を提供する。

【解決手段】 HDDR処理したNd-Fe-B系磁性粉末を、磁場中で磁場方向に対しほぼ垂直な方向に圧縮することにより圧縮成形する横磁場成形工程と、得られた成形体に、高温下で、横磁場成形時にこの成形体に加えられた磁場方向に沿う方向の所定圧力を加える加圧工程を有する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 HDDR処理したNd-Fe-B系磁性粉末を、磁場中で磁場方向に対しほぼ垂直な方向に圧縮することにより圧縮成形する横磁場成形工程と、得られた成形体に、高温下で、横磁場成形時にこの成形体に加えられた磁場方向に沿う方向の所定圧力を加える加圧工程を有することを特徴とするNd-Fe-B系磁石製造方法。

【請求項2】 請求項1記載のNd-Fe-B系磁石製造方法において、加圧工程に際し、成形体に圧力を加える際の温度条件を500～1000℃の範囲とし、成形体に加える圧力を0.1～3Ton/cm²とすることを特徴とするNd-Fe-B系磁石製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、Nd-Fe-B系磁石の製造方法に関し、特に、磁気特性に優れたNd-Fe-B系磁石を製造することができる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、Nd-Fe-B系磁石を製造する方法としては、例えば、特開平4-245403号公報に記載された方法がある。この公報には、希土類元素-Fe-Co-B系合金を粉砕した後、プレス成形して圧粉体を作製し、この圧粉体にホットプレスを施す方法が開示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の製造方法により得られたNd-Fe-B系磁石は、残留磁束密度、保磁力等の磁気特性が十分満足できるものでなく、より磁気特性に優れた磁石が求められていた。本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、磁気特性に優れたNd-Fe-B系磁石を製造することができる方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の磁石製造方法は、HDDR処理したNd-Fe-B系磁性粉末を、磁場中で磁場方向に対しほぼ垂直な方向に圧縮することにより圧縮成形する横磁場成形工程と、得られた成形体に、高温下で、横磁場成形時にこの成形体に加えられた磁場方向に沿う方向の所定圧力を加える加圧工程を有するものであることを特徴とする。加圧工程に際しては、成形体に圧力を加える際の温度条件を500～1000℃の範囲とし、成形体に加える圧力を0.1～3Ton/cm²とすることが好ましい。

【0005】

【発明の実施の形態】図1は、本発明のNd-Fe-B系磁石製造方法の一実施形態を実施するために用いられる磁石成形装置を示すものである。ここに示す成形装置1は、フレーム2と、フレーム2内に固定されたリング状ダイス3と、ダイス3に挿通した円筒状のコアロッド

4と、ダイス3とコアロッド4の隙間内に、上下摺動自在に嵌合する上部および下部パンチ5、6と、これら上部および下部パンチ5、6の摺動方向に対しほぼ垂直な方向にダイス3を横切る磁力線（図中矢印で示す）を発生させる電磁石7、8を備えて構成されている。

【0006】フレーム2は、Feなどの磁性材料からなるものとされる。一方、ダイス3、コアロッド4、上部および下部パンチ5、6は、SUS304、非磁性超硬などの非磁性材料からなるものとされる。リング状ダイス3の開口部の形状は、その内部にコアロッド4を挿通した際に、ダイス3の内壁とコアロッド4の外壁からなる空間の形状が、互いに対向する2つの半パイプ状となるようにされている。

【0007】次に、この成形装置1を用いた場合を例として、本発明の磁石製造方法の一実施形態を説明する。まず、Nd-Fe-B系合金からなる原料磁性粉末を用意する。この磁性粉末としては、Nd-Fe-B系合金を、HDDR（HydrogenationDecomposition Desorption Recombination）処理、すなわち例えば上記合金を500～1000℃の温度条件の下で10Torr以上の水素ガス雰囲気中に所定時間、例えば0.5～3時間置き、NdH₂、Fe₂B、残部Feの各相への相変態を促した後、水素ガス圧を1Torr以下まで低下させて脱水素処理し、Nd₂Fe₁₄B型相を主相とする再結晶組織化する処理を行い、このHDDR処理した磁性粉末を粒度調整によりその平均粒径を1～100μm程度としたものを使用する。HDDR処理によって、上記Nd-Fe-B系合金は、異方性に優れた粉体となる。またこのHDDR処理に先だって、上記合金を600～1200℃の温度条件下で均質化処理するのが好ましい。

【0008】次に、この磁性粉末にバインダを添加し、均一に混合する。このバインダとしては、例えばショウノウ等を用いることができる。バインダの原料磁性粉末に対する添加量は、磁性粉末100重量部に対して0.1～5重量部とするのが好ましい。

【0009】次に、この混合物を、上記成形装置1を用いて次のようにして圧縮成形する。まず、予め成形装置1の上部パンチ5を上方に移動させダイス3から離間させると共に、下部パンチ6の上端部をダイス3の下部に嵌合させる。このダイス3、コアロッド4、および下部パンチ6の間の2つの半パイプ状空間に上記混合物を所定量充填する。

【0010】本実施形態の磁石製造方法では、成形装置1を用いて圧縮成形を行うにあたり、電磁石7、8に通電し、パンチ5、6の摺動方向に対しほぼ垂直な方向の磁場を発生させ、ダイス3を横切る磁力線（図中矢印で示す）を発生させる。

【0011】次に、上部パンチ5を下方に移動しその先端をダイス3内に挿入し、上記空間内の符号Aで示す混合物を押圧する。この際、上部パンチ5の押圧力は、1

～10 T \cdot on/cm²に設定するのが好ましい。これにより、混合物Aは、磁場方向に対しほぼ垂直な方向に圧縮される横磁場成形が施され、磁化容易軸が磁場方向に向いた状態で上記空間の内部形状に沿う半パイプ状に成形された成形体Bとなる。

【0012】次に、上記横磁場成形された成形体Bに、高温下で圧力を加える加圧工程を行う。加圧処理の方法としては、既知の方法を採用することができ、例えば、図示せぬ汎用のホットプレス装置によって、温度500～1000℃、圧力0.1～3 T \cdot on/cm²の条件で所定時間、例えば10～300秒間処理する方法を採ることができる。

【0013】本実施形態の磁石製造方法では、この加圧処理を行うにあたって、成形体Bに加える圧力の方向を、上述の横磁場成形工程時に成形体Bに加えられた磁場方向に沿うものとする。すなわち、図2中矢印に示す横磁場成形工程時の磁場方向Cと、図3中矢印で示す加圧工程時に加える圧力の方向Dをほぼ一致させる。これにより、成形体Bはその結晶粒の磁化容易軸が、よりいっそう加圧方向に沿うものとなり、異方性が高まり、磁気特性に優れた磁石となる。

【0014】加圧工程時の温度を、500～1000℃とするのが好ましいとしたのは、この温度が500℃未満であると、成形体Bの密化が行われにくく、1000℃を越えると、結晶粒の成長により保磁力が低下しやすいためである。また、加圧工程時に成形体Bに加える圧力を0.1～3 T \cdot on/cm²とするのが好ましいとしたのは、この圧力が0.1 T \cdot on/cm²未満であると、成形体Bの結晶粒の磁化容易軸が加圧方向に沿うものとなりにくく、3 T \cdot on/cm²を越えると、金型の強度的に実用的でないためである。

【0015】上記実施形態の磁石製造方法にあつては、HDDR処理されたNd-Fe-B系磁性粉末を横磁場成形し、得られた成形体に、横磁場成形時にこの成形体に加えられた磁場方向に沿う方向の圧力を高温下で加えるので、上記HDDR処理および横磁場成形により異方

性が高められた成形体Bの異方性をさらに高め、磁気特性に優れた磁石を得ることができる。

【0016】

【実施例】(試験例1) Nd-Fe-Co-B系母合金を、800℃の温度条件の下に750 Torrの水素ガス雰囲気中に2時間放置した後、水素ガス圧を0.1 Torr以下まで低下させて脱水素処理するHDDR処理を行い、得られた磁性粉末を乳鉢内で粉碎し、平均粒度50 μ mの粉末とした。この磁性粉末の磁気特性を振動式磁気記録計(VSM)を用いて測定した結果を表1に示す。

【0017】この磁石粉末に、磁石粉末100重量部に対し0.5重量部のショウノウを加え、均一に混合した混合物を得た。この混合物50gを、図1に示す成形装置1を用いて横磁場成形し、長さ30mm、幅40mm、奥行き20mm、厚み5mmの半パイプ状の成形体を得た。この横磁場成形の際には、電磁石7、8によって、水平方向に沿う15kOeの磁界を発生させながら成形を行った。

【0018】次に、ホットプレス装置を用いて、上記成形体に、温度800℃の条件下で、上記横磁場成形時の磁界方向に沿う方向に1.5 T \cdot on/cm²の圧力を100秒間加えた。こうして得られた磁石の磁気特性を上記VSMを用いて測定した結果を表2に示す。

【0019】また、この他、横磁場成形後、加圧工程時に成形体に加える圧力の方向を、横磁場成形時磁場方向に対し垂直とする方法(試験例2)、磁場成形時の圧縮方向を磁場方向に対し平行とする縦磁場成形の後、成形体に、磁場方向に対しほぼ平行な圧力を加える方法(試験例3)、縦磁場成形後、成形体に、磁場方向に対し垂直な圧力を加える方法(試験例4)の3つの方法を試み、それぞれの方法で製造された磁石の磁気特性を上記VSMを用いて測定した。結果を表2に併せて示す。

【0020】

【表1】

残留磁束密度 Br (T)	Hcb (kA/m)	保磁力 Hcj (kA/m)	最大エネルギー積 (BH) _{max} (kJ/m ³)
1.4	796	1060	310

【0021】

【表2】

	圧縮成形時 圧縮方向	加圧時 加圧方向	密度 d (g/cm^3)	残留磁束密度 B_r (T)	保磁力		最大エネルギー積 (BH) _{max} (kJ/m^3)
					H_{cb} (kA/m)	H_{cj} (kA/m)	
試験例1	横磁場成形	平行	7.68	1.30	780	930	279
試験例2	横磁場成形	垂直	7.67	1.20	748	980	239
試験例3	縦磁場成形	平行	7.68	1.20	748	980	239
試験例4	縦磁場成形	垂直	7.69	1.15	708	1000	223

【0022】表2より、試験例1の方法によって製造された磁石は、試験例2～4の方法によって製造された磁石に比べ、残留磁束密度、保磁力、最大エネルギー積等の磁気特性に優れたものとなったことがわかる。

【0023】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の磁石製造方法にあっては、磁気特性に優れた磁石を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の磁石製造方法の一実施形態を実施す

るために用いられる磁石成形装置を示す概略構成図である。

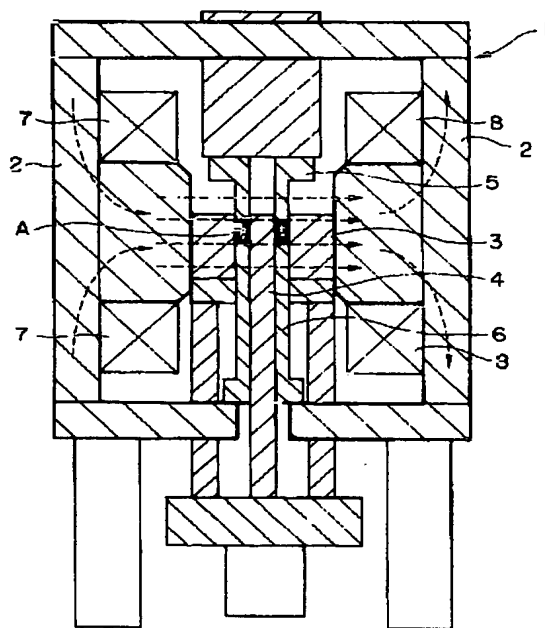
【図2】 図1に示す装置を用いて原料となる磁石粉末を横磁場成形する際に加えられる磁場の方向を示すモデル図である。

【図3】 図1に示す装置を用いて横磁場成形された成形体を高温下で加圧する際に、この成形体に加えられる圧力の方向を示すモデル図である。

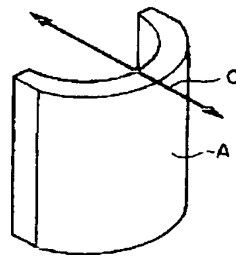
【符号の説明】

1 成形装置、B 成形体

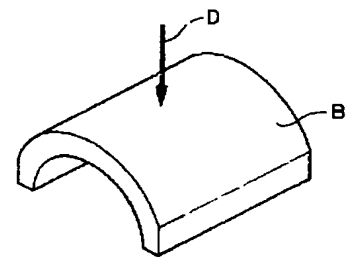
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 中山 亮二
埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所材料技術研究所内

(72)発明者 渡辺 宗明
埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社総合研究所材料技術研究所内
(72)発明者 弦巻 透
新潟県新潟市小金町3-1 三菱マテリアル株式会社新潟製作所製品開発グループ内